

MINISTÈRE DE L'INDUSTRIE

SERVICE

de la PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**BREVET D'INVENTION**

P.V. n° 980.492

N° 1.419.645

Classification internationale :

D 06 m

**Traitement de matières textiles.**

Société dite : IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED résidant en Grande-Bretagne.

**Demandé le 2 juillet 1964, à 15<sup>h</sup> 56<sup>m</sup>, à Paris.**

Délivré par arrêté du 25 octobre 1965.

*(Bulletin officiel de la Propriété industrielle, n° 49 de 1965.)**(2 demandes de brevets déposées en Grande-Bretagne les 4 juillet 1963 et 10 juin 1964, sous le n° 26.529/1963, au nom de la demanderesse.)*

La présente invention concerne un procédé de traitement de matières textiles et plus particulièrement de matières textiles de polyamides synthétiques.

L'expression « matières textiles de polyamides synthétiques » désigne en particulier les matières textiles synthétiques qui sont connues sous le nom de « Nylons » et qui comprennent des matières textiles composées de polyamides tels que le polyhexaméthylène adipamide et le polycaprolactame.

On sait que les matières textiles de polyamides synthétiques sont hydrophobes, c'est-à-dire ont une capacité à absorber l'humidité atmosphérique qui est limitée et beaucoup inférieure à celle des matières textiles composées de fibres naturelles comme la laine et le coton. C'est dans une grande mesure à cause de leur caractère hydrophobe que les matières textiles de polyamides synthétiques s'électrifient facilement par frottement. En outre, les matières textiles de polyamides synthétiques ont tendance à se salir plus facilement que les matières textiles composées de fibres naturelles, et en particulier à collecter les souillures des liqueurs de lavage, lorsqu'elles sont lavées en présence d'autres matières souillées. Leur capacité limitée à absorber l'humidité, leur électrisation facile et leur forte tendance à se souiller sont des inconvénients des matières textiles de polyamides synthétiques qui sont surtout sensibles lorsqu'elles sont employées pour l'habillement.

On a proposé déjà des procédés de traitement des matières textiles de polyamides synthétiques en vue d'augmenter leur capacité à absorber l'humidité et de réduire leur tendance à s'électrifier et à se souiller, mais les effets sont souvent peu durables, et disparaissent avec le lavage.

La demanderesse a découvert à présent qu'il est possible de réduire au minimum les inconvénients ci-dessus et de produire des effets durables sur des

matières textiles de polyamides synthétiques pour augmenter leur capacité à absorber l'eau et diminuer leur tendance à s'électrifier et à se souiller, en traitant ces matières textiles par une cellulose ou un amidon hydroxyalkylé et un agent de réticulation ou un produit de précondensation résineux.

L'invention procure un procédé de traitement de matières textiles de polyamides synthétiques, suivant lequel on applique sur ces matières textiles, en milieu aqueux, un dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon, un agent de réticulation ou un produit de précondensation résineux qui réagit dans des conditions acides, et un catalyseur qui est un acide ou une substance engendrant un acide, puis on sèche les matières et on les chauffe.

Par « dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon » on entend une cellulose ou un amidon dont au moins une partie des groupes hydroxyle disponibles ont été éthérifiés en groupes hydroxyalkoxy. Cette éthérification peut être exécutée de façon connue en faisant réagir la cellulose ou l'amidon dans des conditions alcalines avec un agent d'hydroxyalkylation, tel qu'une alkylène halohydrine ou un oxyde d'alkylène. Des exemples de ces dérivés hydroxyalkylés sont les dérivés hydroxyéthylés, hydroxypropylés et dihydroxypropylés. On peut également utiliser, si on le désire, des mélanges de tels dérivés hydroxyalkylés.

Par « agent de réticulation ou produit de précondensation résineux qui réagit dans des conditions acides », on entend un agent de réticulation qui réagit avec le dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon et/ou avec la matière textile de polyamide synthétique ou bien un produit de précondensation résineux qui réagit sur lui-même pour donner une résine complètement durcie, avec le dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon, ou avec la matière textile de polyamide synthétique, ou même qui participe à une combinaison quel-

conque de ces réactions; ces réactions étant favorisées ou jamais inhibées, dans des conditions acides. Ces agents de réticulation et ces produits de précondensation résineux sont, entre autres, des aldéhydes et des dialdéhydes tels que le formaldéhyde, l'acroléine et le glyoxal, susceptible de participer à des réactions de réticulation; les produits de condensation de stade initial du formaldéhyde avec des composés azotés tels que l'urée, la thiourée, le dicyanodiamide, les amides, les amines, les carbamates, les aminotriazines, les urones, les uréines, les uréides, les imidazolidones, les pyridones et les triazones, en particulier les dérivés méthylolés de ces composés et les éthers alkylés inférieurs de ces dérivés méthylolés; les dérivés méthylolés de polymères azotés tels que les produits de polycondensation urée/formaldéhyde solubles dans l'eau, le polyacrylamide et les copolymères d'addition contenant de l'acrylamide, et les éthers alkylés inférieurs de ces dérivés méthylolés; et des polyacétals tels que les produits de condensation des acétals sur des aldéhydes comme le formaldéhyde, l'acétaldéhyde, le glyoxal, le malonodialdéhyde, le succinodialdéhyde, l'adipaldéhyde, l'hydroxyadipaldéhyde et le téréphtaldéhyde avec des alcools comme l'éthylène glycol, le diéthylène glycol, le glycérol, le pentaérythritol et le dipentaérythritol, en particulier des polyacétals du type décrit dans les brevets des Etats-Unis d'Amérique n° 2.785.947 du 19 février 1954; n° 2.785.948 du 8 janvier 1954; n° 2.785.949 du 8 janvier 1954; n° 2.785.995 du 13 mai 1955; n° 2.785.996 du 24 janvier 1956 et n° 2.786.081 du 8 janvier 1954. On peut également utiliser, si on le désire, des mélanges de tels agents de réticulation ou de tels produits de précondensation résineux.

Comme catalyseur pour le procédé de l'invention, on utilise un acide ou une substance qui engendre un acide à un certain stade du procédé. Comme le chauffage des matières textiles de polyamides synthétiques avec un acide minéral fort provoquerait une certaine dégradation de la matière textile, on préfère utiliser comme catalyseur une substance faiblement acide ou une substance qui libère de l'acide, par exemple par chauffage. Comme exemples de telles substances on peut citer des acides organiques comme l'acide oxalique; des sels de bases faibles avec des acides forts comme le chlorure de zinc, les sels d'acides minéraux avec des amines organiques et spécialement les sels d'ammonium comme le sulfate d'ammonium et le chlorure d'ammonium; et des substances sensiblement neutres comme le chlorure de magnésium et le thiocyanate d'ammonium qui développent de l'acidité par chauffage. On peut utiliser aussi, si on le désire, des mélanges de tels catalyseurs.

Le procédé suivant l'invention peut s'appliquer à n'importe quelle matière textile composée d'un

polyamide synthétique. Ainsi, il peut s'appliquer à des filaments, des fibres, des écheveaux, des fils, des nappes non tissées, des tissus et des tricots. Il peut s'appliquer aussi à des matières textiles composées de mélanges de fibres de polyamides synthétiques avec d'autres fibres synthétiques ou naturelles.

Suivant le procédé de l'invention, le dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon, l'agent de réticulation ou le produit de précondensation résineux et le catalyseur sont appliqués en milieu aqueux sur la matière textile de polyamide synthétique qui est ensuite séchée et chauffée. Les proportions des divers constituants et leurs quantités rapportées au poids de la matière textile à traiter, peuvent varier entre des limites relativement étendues.

Les quantités des constituants, en % du poids sec de la matière textile, sont comprises normalement entre les limites suivantes : dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon entre 0,1 et 4 %; agent de réticulation ou produit de précondensation résineux entre 0,01 et 1 %; catalyseur entre 0,01 et 1 %.

La demanderesse a découvert également qu'une partie du dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon utilisé dans le procédé suivant l'invention peut être remplacée avantageusement par un produit de condensation d'un oxyde d'alkylène avec un polyamide. Un tel remplacement apporte certains avantages ou permet de supprimer certains inconvénients de l'utilisation du dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon seul. Ainsi, l'utilisation d'une certaine proportion d'un produit de condensation polyamide-oxyde d'alkylène réduit encore la tendance des matières textiles de polyamides synthétiques à s'électriser par frottement. En outre, elle confère à ces matières textiles une souplesse compensant la légère raideur provenant de l'utilisation dans le procédé suivant l'invention du dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon seul. De plus, dans les tissus ou les tricots composés de fibres de polyamides synthétiques, elle améliore la lubrification des fibres et rend de ce fait le tissu plus solide qu'un tissu analogue traité suivant le procédé de l'invention en utilisant le dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon seul.

Ces produits de condensation d'un oxyde d'alkylène avec un polyamide sont, notamment, ceux décrits dans les brevets anglais n° 799.153 du 29 mai 1956 et allemand n° 907.701 du 21 mai 1940. On peut remplacer jusqu'à environ 50 % du dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon par le produit de condensation polyamide/oxyde d'alkylène, mais la demanderesse préfère habituellement en remplacer entre 10 et 25 %. L'utilisation dans le procédé suivant l'invention d'un mélange d'un dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de

l'amidon avec un produit de condensation d'un oxyde d'alkylène avec un polyamide au lieu d'un dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon seul constitue une autre particularité de l'invention.

Les constituants qui doivent être appliqués sur la matière textile de polyamide synthétique suivant le procédé de l'invention, à savoir le dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon, éventuellement le produit de condensation d'un oxyde d'alkylène avec un polyamide, l'agent de réticulation ou le produit de précondensation résineux et le catalyseur, sont dissous ou dispersés dans l'eau et la solution ou la dispersion aqueuse est appliquée sur la matière textile par un procédé approprié quelconque par exemple par imprégnation, enduction ou par pulvérisation au pistolet. Si on le désire, des quantités mineures d'agents tensio-actifs peuvent être incorporées aux liqueurs pour faciliter le mouillage de la matière textile. La matière textile peut être alors exprimée, si on le désire, pour éliminer l'excès de liqueur et elle est ensuite séchée. Les constituants sont appliqués normalement ensemble à partir d'une solution les contenant tous mais peuvent être appliqués séparément.

Après l'application des constituants sur la matière textile, celle-ci est séchée et chauffée pour provoquer les réactions désirées des constituants entre eux et/ou avec la matière textile. Si le séchage se fait par chauffage, comme c'est normalement le cas, par exemple entre 50 et 110 °C, il se peut qu'un nouveau chauffage ne soit pas nécessaire. Mais il est souhaitable habituellement de soumettre la matière textile séchée à un chauffage distinct. Ce chauffage peut se faire dans un intervalle étendu de températures, par exemple entre 50 et 230 °C pendant une durée qui peut varier, par exemple, entre 1 seconde et 1 heure. La durée de chauffage nécessaire est normalement d'autant plus courte que la température utilisée est plus élevée.

Après le chauffage, la matière textile peut être rincée dans l'eau et, si on le désire, lavée dans une solution chaude d'un détergent qui peut contenir aussi un alcali comme le carbonate de sodium, pour neutraliser le catalyseur acide résiduel. Enfin, la matière textile peut être rincée à l'eau et séchée.

Le procédé suivant l'invention peut être appliqué aux matières textiles avant, pendant ou après d'autres apprêts chimiques ou mécaniques tels que ceux utilisés pour rendre les matières textiles résistantes au rétrécissement et au froissement pour en modifier le toucher ou le lustre, le caractère hydrofuge et l'éclat optique.

Les matières textiles de polyamides synthétiques traitées suivant le procédé de l'invention ont une plus grande capacité à absorber l'humidité, une moindre tendance à se souiller et une moindre tendance à s'électriser. Ces propriétés avantageuses ne

sont pas facilement atténuées par des lavages ou des nettoyages répétés. En outre, l'aspect des matières traitées est très peu modifié et elles conservent leurs propriétés inhérentes intéressantes comme la résistance au froissement.

L'invention est illustrée, sans être limitée, par les exemples suivants dans lesquels les parties et les pourcentages sont en poids.

*Exemple 1.* — Un tissu de filaments continus de « Nylon » et imprégné d'une solution contenant 2 parties d'hydroxyéthylcellulose, 0,5 partie d'un produit de précondensation urée/polyméthylolmé-lamine éthérifié préparé comme décrit dans l'exemple 10 du brevet anglais n° 953.754, 0,2 partie de chlorure d'ammonium et 97,3 parties d'eau, et exprimé de façon qu'il retienne 50 % de son poids de liqueur, calculé sur la base du poids sec du tissu.

Après séchage à 60 °C, le tissu est chauffé à 150 °C pendant 3 minutes et lavé finalement à 60 °C pendant 5 minutes dans une solution contenant 0,1 % de carbonate de sodium et 0,1 % d'un détergent non ionique, puis rincé à l'eau et séché.

Comparé avec un tissu témoin non traité, le tissu obtenu a une moindre tendance à accumuler des charges d'électricité statique, une moindre tendance à collecter la souillure lorsqu'il est lavé en présence de tissus souillés et une plus grande capacité à absorber l'humidité.

Ces effets persistent après des lavages répétés.

*Exemple 2.* — Un tricot chaîne de filaments continus de « Nylon » est imprégné d'une solution contenant 1,6 partie d'une cellulose hydroxyéthylée, 0,4 partie d'un produit de condensation polycaprolactame-oxyde d'éthylène contenant 2,3 % d'azote, 0,5 partie d'un produit de condensation urée-formaldéhyde préparé comme décrit dans l'exemple 2 du brevet anglais n° 953.754 du 16 avril 1962, 0,2 partie de chlorure d'ammonium et 97,3 parties d'eau, et exprimé de façon à retenir 50 % de son poids de liqueur. Après séchage à 50 °C et chauffage à 150 °C pendant 3 minutes, le tissu est rincé à l'eau et séché.

Comparé avec un tissu témoin non traité, le tissu obtenu a une moindre tendance à accumuler des charges d'électricité statique, une moindre tendance à collecter la souillure lorsqu'il est lavé en présence de tissus souillés et une capacité plus grande à absorber de l'humidité.

Ces effets persistent après des lavages répétés.

*Exemple 3.* — On pulvérise sur un morceau de tapis de « Nylon » tissé une solution contenant 2 parties d'hydroxyéthylcellulose, 0,5 partie de pentaméthoxyméthylmé-lamine, 0,2 partie de chlorure d'ammonium et 97,8 parties d'eau, de façon que son poids augmente de 100 %. Le morceau de tapis



est alors séché à 60 °C et chauffé à 130 °C pendant 5 minutes.

Comparé avec un témoin non traité, le tapis traité a une tendance moindre à accumuler des charges d'électricité statique. En outre, il est beaucoup plus facile d'enlever la saleté du tapis traité.

*Exemple 4.* — Un morceau de tissu de filaments continus de « Nylon » est imprégné d'une solution contenant 1,0 partie d'hydroxypropylcellulose, 0,2 partie d'un produit de condensation urée/formaldéhyde soluble dans l'eau, 0,2 partie d'acide tartrique et 98,6 parties d'eau, et exprimé de façon à retenir 50 % de son poids de liqueur. Après séchage, le tissu est chauffé à 170 °C pendant 2 minutes, rincé à l'eau pour éliminer la matière adhérent mal et séché.

Comparé avec un tissu témoin non traité, le tissu obtenu a une moindre tendance à accumuler et à retenir des charges d'électricité statique.

Cette propriété se conserve pratiquement après des lavages répétés.

*Exemple 5.* — Un morceau de shirting en tricot chaîne de « Nylon » est imprégné d'une composition comprenant 1,6 partie d'hydroxyéthyl - amidon, 0,4 partie d'une dispersion aqueuse à 40 % du dérivé méthylolé d'un copolymère dérivé d'acrylonitrile et d'acrylamide, 0,2 partie de thiocyanate d'ammonium et 97,8 parties d'eau, et exprimé de façon à retenir 50 % de son poids de liqueur. Après séchage à 70 °C, le tissu est chauffé à 150 °C pendant 3 minutes.

Comparé avec un tissu témoin non traité, le tissu obtenu a une moindre tendance à accumuler des charges d'électricité statique.

Cet effet se conserve pratiquement après des lavages répétés.

*Exemple 6.* — Dans le procédé de l'exemple 2, on remplace le produit de condensation urée/formaldéhyde (0,5 partie) par un produit de condensation urée/formaldéhyde méthylé (0,5 partie) préparé comme décrit dans l'exemple 8 du brevet anglais n° 953.754 précité, et on obtient un tissu traité qui, comparé avec un tissu témoin non traité, a une moindre tendance à accumuler des charges d'électricité statique et à collecter la saleté lorsqu'il est lavé en présence de tissus souillés, et une plus grande capacité à absorber l'humidité, ces effets résistant à des lavages répétés.

*Exemple 7.* — On remplace dans le procédé de l'exemple 2 le produit de condensation urée/formaldéhyde (0,5 partie) par de la diméthyloléthylène urée (0,5 partie) et on obtient un tissu traité qui, comparé avec un tissu témoin non traité, a une moindre tendance à accumuler des charges d'électricité statique et à collecter les saletés lorsqu'il est lavé en présence de tissus souillés, et une plus grande capacité à absorber l'humidité, ces effets résistant à des lavages répétés.

## RÉSUMÉ

A. Procédé de traitement de matières textiles de polyamides synthétiques, caractérisé par les points suivants pris séparément ou en combinaisons :

1° On applique sur ces matières textiles, en milieu aqueux, un dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon, un agent de réticulation ou un produit de précondensation résineux qui réagit dans des conditions acides, et un catalyseur qui est un acide ou une substance engendrant un acide, puis on sèche les matières textiles et on les chauffe;

2° On applique sur la matière textile de polyamide synthétique 0,1 à 4 % de son poids du dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon, 0,01 à 1 % de son poids d'agent de réticulation ou du produit de précondensation résineux et 0,01 à 1 % de son poids de catalyseur;

3° Au lieu du dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon, on utilise un mélange de ce dérivé avec jusqu'à un poids égal d'un produit de condensation d'un oxyde d'alkylène avec un polyamide;

4° Le mélange du dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon avec le produit de condensation d'un oxyde d'alkylène avec un polyamide contient 10 à 25 % du produit de condensation;

5° Le produit de condensation d'un oxyde d'alkylène avec un polyamide est un produit de condensation de l'oxyde d'éthylène avec du polycaprolactame;

6° Le dérivé hydroxyalkylé de la cellulose ou de l'amidon est un dérivé hydroxyéthylé, hydroxypropylé ou dihydroxypropylé, ou un mélange de deux ou plusieurs de ces dérivés;

7° L'agent de réticulation ou le produit de précondensation résineux est un dérivé méthylolé de l'urée, de la thiourée, du dicyanodiamide, d'un amide, d'une amine, d'un carbamate, d'une aminotriazine, d'une urone, d'une uréine, d'un uréide, d'une imidazolidone, d'une pyridone ou d'une triazone, obtenu comme produit de condensation de stade initial du formaldéhyde avec ce composé, ou un éther alkylique inférieur de ce dérivé méthylolé;

8° L'agent de réticulation ou le produit de précondensation résineux est un dérivé méthylolé d'un produit de polycondensation urée/formaldéhyde soluble dans l'eau, d'un polyacrylamide ou d'un copolymère d'addition contenant de l'acrylamide, ou un éther alkylique inférieur de ce dérivé méthylolé;

9° Le catalyseur est une substance faiblement acide;

10° Le catalyseur est une substance qui libère un acide par chauffage;

11° Le chauffage est effectué à une température de 50 à 230 °C pendant 1 seconde à 1 heure.

B. A titre de produits industriels nouveaux, les

matières textiles de polyamides synthétiques traitées par le procédé selon A ou de tout autre procédé leur conférant les mêmes caractéristiques.

Société dite : IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

Par procuration :

SIMONNOT & RINUY

